

日本国特許庁
JAPAN PATENT OFFICE

22.07.2004

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日 2003年 7月23日
Date of Application:

出願番号 特願2003-278538
Application Number:
[ST. 10/C]: [JP2003-278538]

REC'D 10 SEP 2004

WIPO

POT

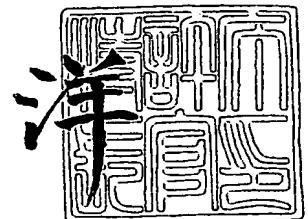
出願人 トヨタ自動車株式会社
Applicant(s):

PRIORITY DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH
RULE 17.1(a) OR (b)

2004年 8月26日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

小川



BEST AVAILABLE COPY

【書類名】 特許願
【整理番号】 P000014235
【提出日】 平成15年 7月23日
【あて先】 特許庁長官 今井 康夫 殿
【国際特許分類】 C23C 16/02
【発明者】
 【住所又は居所】 愛知県豊田市トヨタ町1番地 トヨタ自動車株式会社内
 【氏名】 平岡 基記
【発明者】
 【住所又は居所】 愛知県豊田市トヨタ町1番地 トヨタ自動車株式会社内
 【氏名】 吉永 文隆
【発明者】
 【住所又は居所】 愛知県豊田市トヨタ町1番地 トヨタ自動車株式会社内
 【氏名】 台座 摂人
【発明者】
 【住所又は居所】 愛知県豊田市トヨタ町1番地 トヨタ自動車株式会社内
 【氏名】 別所 毅
【特許出願人】
 【識別番号】 000003207
 【氏名又は名称】 トヨタ自動車株式会社
 【代表者】 齋藤 明彦
【代理人】
 【識別番号】 100081776
 【弁理士】
 【氏名又は名称】 大川 宏
 【電話番号】 (052)583-9720
【手数料の表示】
 【予納台帳番号】 009438
 【納付金額】 21,000円
【提出物件の目録】
 【物件名】 特許請求の範囲 1
 【物件名】 明細書 1
 【物件名】 図面 1
 【物件名】 要約書 1

【審類名】 特許請求の範囲**【請求項 1】**

樹脂基体と、該樹脂基体の表面に一体的に形成され樹脂マトリックス中に微細な金属粒子が均一に分散してなる樹脂-金属コンポジット層と、からなることを特徴とする樹脂-金属コンポジット層をもつ樹脂基体。

【請求項 2】

前記樹脂-金属コンポジット層の厚さは20～2000nmである請求項 1 に記載の樹脂-金属コンポジット層をもつ樹脂基体。

【請求項 3】

前記樹脂-金属コンポジット層は厚さが 200nm以下の透明導電層である請求項 1 に記載の樹脂-金属コンポジット層をもつ樹脂基体。

【請求項 4】

樹脂基体の表面に極性基をもつ改質層を形成する前処理工程と、
該改質層に金属化合物溶液を接触させ金属のコロイド及びイオンの少なくとも一方を該極性基に吸着させ該改質層に金属微粒子を分散させる吸着工程と、をこの順で行うことを特徴とする樹脂-金属コンポジット層をもつ樹脂基体の製造方法。

【請求項 5】

前記吸着工程後に、該改質層の表面に無電解めっきにより金属被膜を形成し、その後に該金属被膜を除去する請求項 4 に記載の樹脂-金属コンポジット層をもつ樹脂基体の製造方法。

【書類名】明細書

【発明の名称】樹脂-金属コンポジット層をもつ樹脂基体及びその製造方法

【技術分野】

【0001】

本発明は、樹脂-金属コンポジット層をもつ樹脂基体とその製造方法に関する。本発明の樹脂基体は、樹脂-金属コンポジット層によって導電性、耐摩耗性、耐光性、難燃性などの特性を有し、また樹脂-金属コンポジット層を透明とすることができるため、液晶ディスプレイ、電子回路基板など、種々の分野に利用することができる。

【背景技術】

【0002】

成形が容易であること、強度などの特性値の自由度が高いこと、軽量であることなどの特徴から、従来の金属分野などへの樹脂の進出が目覚ましく行われている。ところが樹脂は、導電性を有しないこと、硬度が低いこと、などの短所も有するために、金属などと複合化することでこれらの短所を解消することが行われている。

【0003】

例えば樹脂に導電性を付与する方法として、樹脂中に導電性金属あるいは炭素繊維などの粉末を混合する方法もあるが、高い導電性を付与するためには導電性物質の添加量を多くする必要があり、物性面での不具合やコストが高くなるという不具合がある。そこで、金属あるいはITOなどの導電性酸化物の被膜を形成する方法などが知られている。導電被膜の形成には、蒸着、スパッタリングなどの物理的方法、あるいは無電解めっきなどの化学的方法が知られている。しかし物理的方法では、真空槽が必要になるなど、装置が大掛かりになるためスペース面あるいは生産性における制約が大きいという問題があり、その結果コストが上昇するという欠点がある。

【0004】

また樹脂表面に無電解めっきにより金属被膜を形成した場合には、金属被膜と樹脂との付着強度が低く、金属被膜が剥離し易いという問題があった。そのため樹脂素材に対して化学的エッチング処理を行って表面を粗面化し、その後無電解めっき処理する工程が一般に行われている。しかしエッチングによって粗面化する方法では、表面平滑性が低下するとともに、クロム酸、硫酸などの毒劇物を用いる必要があり、廃液処理などに問題がある。

【0005】

そこで特開2002-309377号公報には、樹脂素材をオゾン溶液に接触させた後、界面活性剤とアルカリ成分とを含む溶液で処理し、その後に無電解めっきを行うことが記載されている。この方法によれば、オゾンによる酸化によって樹脂素材表面の二重結合が切断され、極性基が生成される。またアルカリ成分によって脆化層が除去され、界面活性剤が極性基に吸着する。そして無電解めっきに先立つ触媒処理時には、極性基に吸着している界面活性剤に触媒が吸着するため、無電解めっき時に金属が極性基に結合しやすくなり、無電解めっき被膜の付着性が向上する。

【0006】

また国際公開03/021005号公報には、光触媒粉末を懸濁させた液に樹脂素材を浸漬し、液中で光を照射することで、樹脂素材の表面に極性基を形成し、その後無電解めっきする方法が記載されている。この方法によっても、無電解めっき被膜の付着性が向上する。一方、特開平05-303090号公報には、基板上に親水性樹脂を含有する感光性レジストを塗布し、露光してレリーフを形成した後、無電解めっき処理によってレリーフ中に金属粒子を析出させ遮光層を形成する方法が記載されている。

【0007】

しかしながら無電解めっき被膜によって導電性を付与する方法では、透明性を確保することは困難であり、液晶ディスプレイなどへの応用は困難である。

【0008】

また特開平09-087419号公報には、極性基を有するマトリックス形成性物質における極

性基の反応を経て形成された化合物を少なくとも含むマトリックスと、その反応の結果、極性基との相互作用の消失又は減少によりマトリックス中に析出して分散した金属微粒子と、を有する導電性被調整体が記載されている。しかしこの方法は、基体に液状体を塗布した後に真空中で加熱保持することで導電性被調整体を形成するものであり、導電性被調整体と基体との付着性の信頼性が低い。また反応に長時間必要であり、生産性が低いという問題もある。

【特許文献 1】特開 2002-309377 号

【特許文献 2】国際公開 03/021005 号

【特許文献 3】特開平 05-303090 号

【特許文献 4】特開平 09-087419 号

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0009】

本発明はこのような事情に鑑みてなされたものであり、導電性、耐摩耗性などの特性を有する樹脂-金属コンポジット層を有する樹脂基体を提供すること、またその樹脂-金属コンポジット層を容易にしかも安価に形成できるようにすることを課題とする。

【課題を解決するための手段】

【0010】

上記課題を解決する本発明の樹脂-金属コンポジット層をもつ樹脂基体の特徴は、樹脂基体と、樹脂基体の表面に一体的に形成され樹脂マトリックス中に微細な金属粒子が均一に分散してなる樹脂-金属コンポジット層と、からなることにある。

【0011】

樹脂-金属コンポジット層の厚さは、20~2000nmであることが望ましい。また樹脂-金属コンポジット層は、厚さが 200nm以下であれば透明導電層として機能する。

【0012】

そして本発明の樹脂-金属コンポジット層をもつ樹脂基体の製造方法の特徴は、樹脂基体の表面に極性基をもつ改質層を形成する前処理工程と、改質層に金属化合物溶液を接触させ金属のコロイド及びイオンの少なくとも一方を極性基に吸着させ改質層に金属微粒子を分散させる吸着工程と、をこの順で行うことにある。

【0013】

本発明の製造方法において、吸着工程後に、改質層の表面に無電解めっきにより金属被膜を形成し、その後に金属被膜を除去することもできる。

【発明の効果】

【0014】

本発明の樹脂-金属コンポジット層をもつ樹脂基体によれば、樹脂-金属コンポジット層によって導電性、耐摩耗性、耐光性、難燃性などの特性を付与することができ、また樹脂-金属コンポジット層を透明あるいは半透明とすることができるため、液晶ディスプレイ、電子回路基板など、種々の用途に用いることができる。

【0015】

そして本発明の製造方法によれば、真空槽などの設備を不要として樹脂-金属コンポジット層を容易に形成することができるので、工数が小さく短時間で製造できる。したがって、上記した優れた特性をもつ樹脂製品を安価に製造することができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0016】

本発明の樹脂-金属コンポジット層をもつ樹脂基体は、樹脂基体と、樹脂基体の表面に一体的に形成された樹脂-金属コンポジット層と、から構成される。樹脂基体としては、ABS樹脂、AS樹脂、ポリスチレン樹脂、ポリオレフィン系樹脂、エポキシ樹脂、AN樹脂、ポリアミド樹脂、ポリエステル樹脂、PET樹脂、ポリアセタール樹脂、アクリル樹脂、ポリカーボネート樹脂、PMMA樹脂、セルロース系樹脂、フッ素樹脂、POM樹脂、PBT樹脂、ポリイミド樹脂、変成 PPO樹脂、ポリフェニルサルファイド樹脂、シリコン樹脂、ポリ

ウレタン樹脂、フェノール樹脂、エラストマーとPPを含むポリマーアロイなど、各種の熱可塑性樹脂あるいは熱硬化性樹脂を用いることができる。また形状は制限されず、各種形状の成形品から樹脂基体を構成することができる。

【0017】

樹脂-金属コンポジット層は、樹脂基体を構成する樹脂マトリックス中に微細な金属粒子が均一に分散してなるものである。この金属としては、Pd、Au、Ag、Pt、Rh、Irなどの貴金属、Cu、Al、Sn、Ni、Cr、Fe、Mo、Tiなどの卑金属から種々選択することができる。

【0018】

樹脂-金属コンポジット層における金属粒子の濃度は、樹脂種、金属種あるいは目的とする特性などに応じて異なるが、一般的には20~90体積%の範囲である。濃度が20体積%未満では導電性、耐摩耗性などの特性の発現が困難となる場合が多く、90体積%を超えると樹脂の特性が消失し易い。

【0019】

また例えば樹脂-金属コンポジット層を透明導電層として利用する場合には、ポリカーボネート樹脂、PMMA樹脂、AS樹脂などの透明又は半透明の樹脂基体を用い、その表面の樹脂マトリックス中にAu、Ag、Cuなどの導電性金属の微粒子が20~70体積%の範囲で均一に分散した樹脂-金属コンポジット層を形成する。樹脂-金属コンポジット層の厚さにもよるが、金属粒子の濃度が70体積%を超えると透明性が損なわれるので好ましくない。

【0020】

樹脂-金属コンポジット層の厚さは20~2000nmの範囲が好ましく、透明性を確保する場合には200nm以下とすることが望ましい。厚さが20nm未満では導電性、耐摩耗性などの特性の発現が困難となり、2000nmを超えると樹脂の特性が消失してしまう。また導電性を付与する場合には、金属粒子の濃度にもよるが、50nm以上の厚さとすることが望ましい。

【0021】

樹脂基体に樹脂-金属コンポジット層を形成するための本発明の製造方法では、先ず樹脂基体の表面に極性基をもつ改質層を形成する前処理工程を行う。この前処理工程としては、(1)高濃度オゾン溶液を樹脂基体表面に接触させる方法、(2)樹脂基体表面に紫外線を照射する方法、(3)高濃度オゾン溶液を樹脂基体表面に接触させた状態で紫外線を照射する方法、(4)(1)の後に(2)を行う方法、(5)樹脂基体表面に光触媒を付着させた状態で光を照射する方法、(6)光触媒溶液を樹脂基体表面に接触させた状態で光を照射する方法などがあるが、高濃度オゾン溶液を用いる(1)、(3)あるいは(4)の方法が特に望ましい。

【0022】

オゾン溶液中のオゾン濃度は、樹脂基体表面の活性化に大きく影響を及ぼし、10ppm程度から活性化の効果がみられるが、100ppm以上とすればその活性化の効果が飛躍的に高まり、より短時間の処理が可能である。また濃度が低いと劣化が先行するので、オゾン濃度は高い方が好ましい。オゾン溶液中のオゾンによる酸化によってオゾナイドが形成され、C-OH結合又はC=O結合などの極性基が生成すると考えられる。

【0023】

オゾン溶液は、通常は水を溶媒とするが、有機又は無機の極性溶媒を溶媒とすることが好ましい。これにより処理時間をさらに短縮することが可能となる。有機極性溶媒としては、メタノール、エタノール、イソプロピルアルコールなどのアルコール類、N,N-ジメチルホルムアミド、N,N-ジメチルアセトアミド、ジメチルスルホキシド、N-メチルピロリドン、ヘキサメチルホスホルアミド、蟻酸、酢酸などの有機酸類、あるいはこれらを水やアルコール系溶媒と混合したものが例示される。また無機極性溶媒としては、硝酸、塩酸、フッ化水素酸などの無機酸が例示される。

【0024】

照射される紫外線は、310nm以下の波長のものが好ましく、260nm以下、さらには150~200nm程度のものが望ましい。また紫外線照射量は、50mJ/cm²以上とすることが望ましい。このような紫外線を照射できる光源としては、低圧水銀ランプ、高圧水銀ランプ、

エキシマレーザー、バリア放電ランプ、マイクロ波無電極放電ランプなどを用いることができる。

【0025】

光触媒としては、二酸化チタン、酸化亜鉛、硫化カドミウム、リン化ガリウム、炭化ケイ素、酸化インジウム、酸化バナジウムなどから選択して用いることができる。また水中に光触媒粉末を懸濁させる場合には、水 1 リットルに対して光触媒粉末を 0.05 g 以上懸濁させることが望ましい。0.05 g 未満では光照射時の光触媒の触媒作用による表面層の活性化の促進作用の発現が困難となる。

【0026】

なお光触媒を用いる場合には、光として紫外線を用いることが望ましい。紫外線を照射することで光触媒を速やかに活性化することができ、また紫外線による改質作用も発現されるので、処理を短時間とすることができる。

【0027】

樹脂基体をオゾン溶液と接触させるには、樹脂基体表面にオゾン溶液をスプレーする方法、樹脂基体をオゾン溶液中に浸漬する方法などがある。樹脂基体をオゾン溶液中に浸漬する方法によれば、スプレーによる接触に比べてオゾン溶液からオゾンが離脱し難いので好ましい。また紫外線を照射するには、樹脂基体をオゾン溶液中に浸漬した状態で照射することが望ましい。このようにすれば、紫外線光源からの熱による樹脂基体の変形や劣化を抑制することができる。

【0028】

樹脂基体をオゾン溶液中に浸漬した状態で紫外線を照射するには、紫外線光源をオゾン溶液中に入れた状態で照射してもよいし、オゾン溶液の液面上方から照射してもよい。またオゾン溶液の容器を透明石英など紫外線透過性の材料から形成したものとすれば、オゾン溶液の容器外部から照射することもできる。

【0029】

また樹脂基体をオゾン溶液と接触させた後に紫外線を照射する場合には、オゾン溶液との接触後 1 分間以内の短時間の間に紫外線を照射することが望ましい。この時間が長時間になると、オゾンと紫外線による相乗作用の発現が困難となり、短時間の処理では改質層が形成されない場合がある。

【0030】

電子回路基板を製造する場合など、樹脂基体の表面に所定パターンで紫外線を照射するには、縮小投影露光装置などでパターン形状に紫外線を照射する方法、あるいはフォトマスクなどを用いて表面をマスクした状態で紫外線を照射する方法を採用することができる。後者の場合には、パターンを作成する部分に紫外線が照射されるようにマスクを行い、しかもパターンを作成する部分にオゾン溶液が接触するようにする必要がある。なお、マスクの材質は、紫外線及びオゾンが透過しないものであることが望ましい。このようなマスクとしては、メタルマスクがある。

【0031】

なおオゾン溶液－紫外線照射処理工程における処理温度は、原理的には高いほど反応速度が大きくなるが、温度が高くなるほどオゾン溶液中のオゾンの溶解度が低くなり、40℃を超える温度においてオゾン溶液中のオゾン濃度を 100ppm 以上とするには、処理雰囲気が大気圧以上に加圧する必要がある、装置が大がかりなものとなる。したがって処理温度は、装置を大掛かりにしたい場合には、室温程度で十分である。

【0032】

オゾン溶液－紫外線照射処理工程におけるオゾン溶液と樹脂基体との接触時間は、樹脂種によって異なるが、4～20分とするのが好ましい。4分未満では、オゾン濃度を 100ppm としてもオゾン処理による効果の発現が困難となり、20分を超えると樹脂基体の劣化が生じるようになる。

【0033】

またオゾン溶液－紫外線照射処理工程における紫外線の照射時間は、樹脂基体の樹脂種

によって異なるが4~15分とするのが好ましい。4分未満では紫外線照射による効果の発現が困難となり、15分を超えると熱によって樹脂基体の劣化が生じる場合がある。

【0034】

上記した前処理工程によって、樹脂基体の表面には極性基をもつ改質層が形成される。この改質層の厚さは、前処理工程の処理時間やオゾン溶液のオゾン濃度などによって決まるが、樹脂-金属コンポジット層の厚さと同様の20~2000nmとすることが望ましい。

【0035】

そして次の吸着工程では、改質層に金属化合物溶液を接触させ金属のコロイド及びイオンの少なくとも一方を極性基に吸着させて、改質層に金属微粒子を分散させ樹脂-金属コンポジット層を形成する。金属化合物溶液としては一般に水溶液を用いることができる。そして金属化合物溶液としては、上述した貴金属あるいは卑金属の水溶性無機酸塩、有機酸塩、錯体、コロイド溶液などを用いることができる。

【0036】

改質層に金属化合物溶液を接触させるには、改質層が形成されている樹脂基体の表面に金属化合物溶液をスプレーなどで塗布してもよいし、金属化合物溶液中に樹脂基体を浸漬することもできる。これによって金属化合物溶液が改質層の表面から内部に拡散浸透し、極性基に金属化合物のイオンあるいはコロイドが吸着し、還元反応により金属化合物がナノレベルの微細な金属粒子となって樹脂-金属コンポジット層が形成される。前処理工程と吸着工程との間に、改質層に少なくともアルカリ成分を含むアルカリ溶液を接触させるアルカリ処理工程をさらに行うことが望ましい。アルカリ成分は、改質層の表面を分子レベルで水に可溶化する機能をもち、改質層表面の脆化層を除去して極性基をより多く表出させるため、吸着工程において金属微粒子をより多く生成することができる。このアルカリ成分としては、改質層の表面を分子レベルで溶解して脆化層を除去できるものを用いることができ、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、水酸化リチウムなどを用いることができる。

【0037】

またアルカリ溶液には、陰イオン性界面活性剤及び非イオン性界面活性剤の少なくとも一方をさらに含むことが望ましい。この界面活性剤は、改質層に存在する極性基にその疎水基が吸着しやすいと考えられ、極性基の大部分に吸着させることができる。したがって吸着工程において、金属粒子をより多く生成することができる。

【0038】

この界面活性剤としては、C=O及びC-OHからなる少なくとも一方の極性基に対して疎水基が吸着しやすいものが用いられ、陰イオン性界面活性剤及び非イオン性界面活性剤の少なくとも一方が用いられる。陽イオン性界面活性剤及び中性界面活性剤では、効果の発現が困難となる。陰イオン性界面活性剤としては、ラウリル硫酸ナトリウム、ラウリル硫酸カリウム、ステアリル硫酸ナトリウム、ステアリル硫酸カリウムなどが例示される。また非イオン性界面活性剤としては、ポリオキシエチレンドデシルエーテルなどが例示される。

【0039】

界面活性剤とアルカリ成分とを含むアルカリ溶液の溶媒としては、極性溶媒を用いることが望ましく、水を代表的に用いることができるが、場合によってはアルコール系溶媒あるいは水-アルコール混合溶媒を用いてもよい。またアルカリ溶液を少なくとも改質層と接触させるには、アルカリ溶液中に樹脂基体を浸漬する方法、少なくとも改質層にアルカリ溶液を塗布する方法などで行うことができる。

【0040】

アルカリ溶液中の界面活性剤の濃度は、0.01~10 g/Lの範囲とすることが好ましい。界面活性剤の濃度が0.01 g/Lより低いと金属粒子の生成量が低下し、10 g/Lより高くなると、改質層に界面活性剤が会合状態となって余分な界面活性剤が不純物として残留するため、金属粒子の生成量が低下するようになる。この場合には、樹脂基体を水洗して余分な界面活性剤を除去すればよい。

【0041】

またアルカリ溶液中のアルカリ成分の濃度は、pH値で12以上が望ましい。pH値が12未満であっても効果は得られるが、表出する極性基が少ないために、所定量の金属粒子を生成するための時間が長大となってしまう。

【0042】

アルカリ溶液と改質層との接触時間は特に制限されないが、室温で1分以上とするのが好ましい。接触時間が短すぎると、極性基に吸着する界面活性剤量が不足する場合がある。しかし接触時間が長くなり過ぎると、極性基が表出した層まで溶解する場合がある。1～5分間程度で十分である。また温度は高い方が望ましく、温度が高いほど接触時間を短縮することが可能であるが、室温～60℃程度で十分である。

【0043】

アルカリ処理工程では、アルカリ成分のみを含む溶液で処理した後に界面活性剤を吸着させてもよいが、界面活性剤を吸着させるまでの間に再び脆化層が形成されてしまう場合があるので、陰イオン性界面活性剤及び非イオン性界面活性剤の少なくとも一方とアルカリ成分とが共存する状態で行うことが望ましい。

【0044】

またオゾン溶液処理工程の後にアルカリ処理工程を行うのが好ましいが、場合によってはオゾン溶液処理工程とアルカリ処理工程を同時に行うことも可能である。この場合には、オゾン溶液とアルカリ溶液の混合溶液を調製し、その混合溶液中に樹脂基体を浸漬する、又は混合溶液を樹脂基体にスプレーすることで行う。この場合にはオゾンと樹脂基体との反応が律速となるので、処理時間は混合溶液中のオゾン濃度に応じて決められる。

【0045】

なおアルカリ処理工程後、水洗してアルカリ成分を除去する工程を行ってもよい。界面活性剤は極性基に強固に吸着しているので、水洗する程度では除去されず吸着した状態が維持されることがわかっている。したがって、吸着工程までに時間が経過してもその効力が失われることがない。

【0046】

吸着工程後に、樹脂-金属コンポジット層の表面に無電解めっきにより金属被膜を形成し、その後に形成されためっき被膜を除去することもできる。無電解めっき処理では、吸着工程で形成された金属粒子を触媒として金属が析出して成長するので、樹脂-金属コンポジット層においては金属粒子の表面をめっき金属が覆う状態となり、金属粒子は二層構造の比較的大きな粒子となる。また樹脂-金属コンポジット層の表面には、無電解めっき被膜が形成される。

【0047】

その後、めっき被膜を除去することで、樹脂-金属コンポジット層が表出する。この樹脂-金属コンポジット層は、コンポジット層の厚さが厚いもの、もしくは金属粒子の濃度が高いものは、受動部品内蔵基板などとして利用するのに好適である。

【0048】

無電解めっき処理の条件、析出させる金属種などは制限されず、従来の無電解めっき処理と同様に行うことができる。そしてめっき被膜を除去するには、研磨など物理的な除去法、酸エッチング、逆電解法で溶解する方法などを利用することができる。なお、樹脂-金属コンポジット層まで除去しないように、条件を設定する必要がある。

【実施例】

【0049】

以下、実施例及び比較例により本発明を具体的に説明する。

【0050】

(実施例1)

<前処理工程>

ABS樹脂製の基板を用意し、150PPMのオゾンを含むオゾン水溶液に室温で4分間浸漬する前処理工程を行った。前処理工程前後の基板の表面をFT-IRで分析したところ、前

処理工程後の基板の表面に、カルボニル基 ($-C=O$) 及びヒドロキシル基 ($-OH$) に起因する吸収ピークが観察された。

【0051】

＜アルカリ処理工程＞

次に、NaOH (アルカリ成分) 50 g/L と、ラウリル硫酸ナトリウム (陰イオン性界面活性剤) 1 g/L と、を溶解した混合水溶液を 60℃ に加熱し、そこへ前処理工程後の基板を 2 分間浸漬した。

【0052】

＜吸着工程＞

アルカリ処理工程後の基板を水洗・乾燥後、3 N 塩酸水溶液に塩化パラジウムを 0.1 重量% 溶解し塩化錫を 5 重量% 溶解して 50℃ に加熱された溶液中に 3 分間浸漬し、次いで 1 N 塩酸水溶液に 3 分間浸漬した。

【0053】

得られた基板の断面の TEM 写真を図 1 及び図 2 (図 1 の部分拡大図) に示す。基板の表面から深さ 200nm の範囲に金属粒子 (黒い点) が均一に分散しているのが認められ、厚さ 200nm の樹脂-金属コンポジット層が形成されていることが確認された。また樹脂-金属コンポジット層中の金属濃度は 60 体積% であった。

【0054】

(実施例 2)

実施例 1 で得られた樹脂-金属コンポジット層をもつ基板を、40℃ に保温された Ni-P 化学めっき浴中に浸漬し、10 分間 Ni-P めっき被膜を析出させた。析出した Ni-P めっき被膜の厚さは $0.5 \mu m$ である。

【0055】

次いで、めっき被膜をもつ基板をアルカリ溶液中に浸漬し、めっき被膜を陽極、電極を陰極として電流密度 $3A/dn^2$ を印加し、逆電解法によってめっき被膜を溶解除去した。

【0056】

得られた処理基板の断面の TEM 写真を図 3 に示す。基板の表面から深さ 100nm の範囲に金属粒子が均一に分散しているのが認められ、樹脂-金属コンポジット層中の金属粒子の粒径が大きくなっていることが観察された。なお樹脂-金属コンポジット層中の金属濃度は 80 体積% である。

【0057】

(比較例 1)

何も処理されていないこと以外は実施例 1 と同一の基板を比較例 1 とした。

【0058】

＜試験・評価＞

実施例 1-2 で処理された基板及び比較例 1 の基板について、表面電気抵抗値及び表面ビッカース硬度を測定した。結果を表 1 に示す。

【0059】

【表 1】

	コンポジット層厚さ (nm)	電気抵抗値 (Ω)	表面硬度
実施例 1	200	10^{-2}	100
実施例 2	100	10^{-4}	250
比較例 1	0	10^6	20

【0060】

表 1 より、実施例 1-2 で処理された基板は高い表面導電性を有し、また表面硬度も大きい耐摩耗性にも優れている。これは、樹脂-金属コンポジット層をもつことに起因していることが明らかである。

【0061】

(実施例 3)

<前処理工程>

ポリカーボネート樹脂製の基板を用意し、150PPMのオゾンを含むオゾン水溶液に室温で6分間浸漬する前処理工程を行った。前処理工程前後の基板の表面をFT-IRで分析したところ、前処理工程後の基板の表面に、カルボニル基 ($-C=O$) 及びヒドロキシル基 ($-OH$) に起因する吸収ピークが観察された。

【0062】

<アルカリ処理工程>

次に、NaOH (アルカリ成分) 50 g/L と、ラウリル硫酸ナトリウム (陰イオン性界面活性剤) 1 g/L と、を溶解した混合水溶液を60℃に加熱し、そこへ前処理工程後の基板を2分間浸漬した。

【0063】

<吸着工程>

アルカリ処理工程後ただちに、3 N 塩酸水溶液に塩化銀を 0.1 重量% 溶解し塩化錫を 5 重量% 溶解して50℃に加熱された溶液中に3分間浸漬し、次いで1 N 塩酸水溶液に3分間浸漬した。

【0064】

得られた基板の断面の TEM 観察した結果、基板の表面から深さ 100nm の範囲に金属粒子が均一に分散しているのが認められ、厚さ 100nm の樹脂-金属コンポジット層が形成されていることが確認された。また樹脂-金属コンポジット層中の金属濃度は70体積%であった。

【0065】

(実施例4)

前処理工程の処理時間を12分間とし、吸着工程の処理時間を6分間としたこと以外は実施例3と同様に処理した。形成された樹脂-金属コンポジット層の厚さは200nmであり、樹脂-金属コンポジット層中の金属濃度は70体積%であった。

【0066】

(実施例5)

前処理工程の処理時間を3分間とし、吸着工程の処理時間を1.5分間としたこと以外は実施例3と同様に処理した。形成された樹脂-金属コンポジット層の厚さは50nmであり、樹脂-金属コンポジット層中の金属濃度は70体積%であった。

【0067】

(比較例2)

何も処理されていないこと以外は実施例3と同一の基板を比較例2とした。

【0068】

<試験・評価>

実施例3-5で処理された基板及び比較例2の基板について、可視光の透過率及び表面電気抵抗値を測定した。結果を表2に示す。

【0069】

【表2】

	コンポジット層厚さ (nm)	透過率 (%)	電気抵抗値 (Ω)
実施例3	100	90	10^{-2}
実施例4	200	50	10^{-4}
実施例5	50	100	10
比較例2	—	100	10^6

【0070】

表2から、実施例3-5で処理された基板は、いずれも紫外線の透過が抑制されていることがわかり、樹脂-金属コンポジット層によって紫外線透過防止性が発現していることが明らかである。また実施例3で処理された基板は、比較例2の基板とほぼ同等の透明性を有しつつ高い導電性を有している。一方、実施例4で処理された基板は、導電性は高い

ものの透明性が劣り、実施例 5 で処理された基板は透明性は比較例 2 と同等であるものの導電性が実施例 3 より劣っている。したがって樹脂-金属コンポジット層を透明導電層として機能させる場合には、樹脂-金属コンポジット層の厚さを 50 ~ 200nm とすることが望ましいことがわかる。

【産業上の利用可能性】

【0071】

本発明の樹脂-金属コンポジット層をもつ樹脂基体は、エッチング処理された樹脂基体などに比べて表面平滑性が高く、かつ樹脂-金属コンポジット層を透明導電層として利用することができるので、液晶ディスプレイの表面電極などに好適に用いることができる。また紫外線の透過を抑制でき、耐摩耗性にも優れ、しかも安価に製造できるので、樹脂ガラスなどとしても有用である。

【図面の簡単な説明】

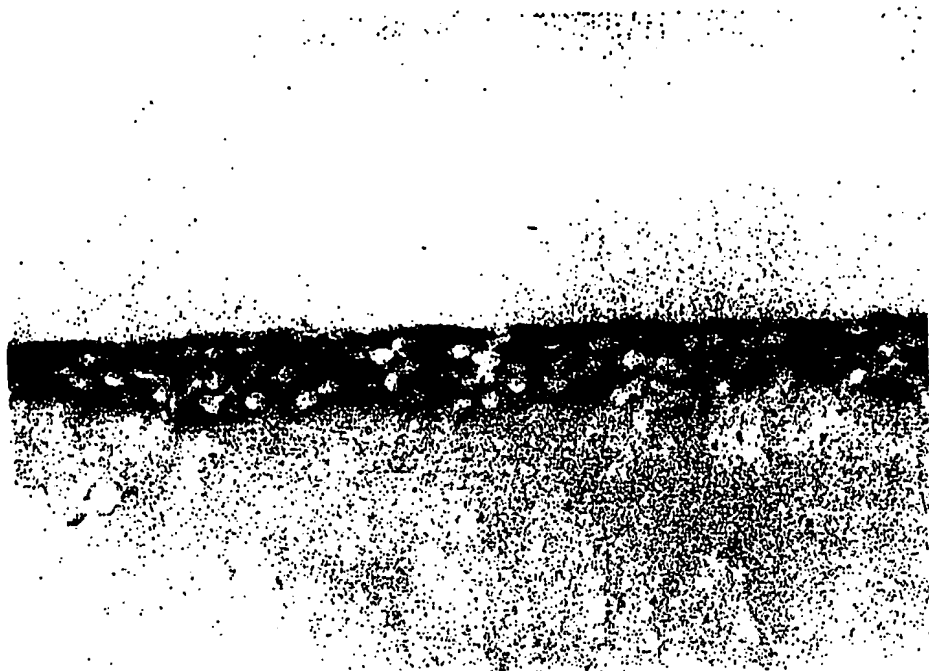
【0072】

【図 1】 実施例 1 で処理された樹脂基板の断面の TEM 写真である。

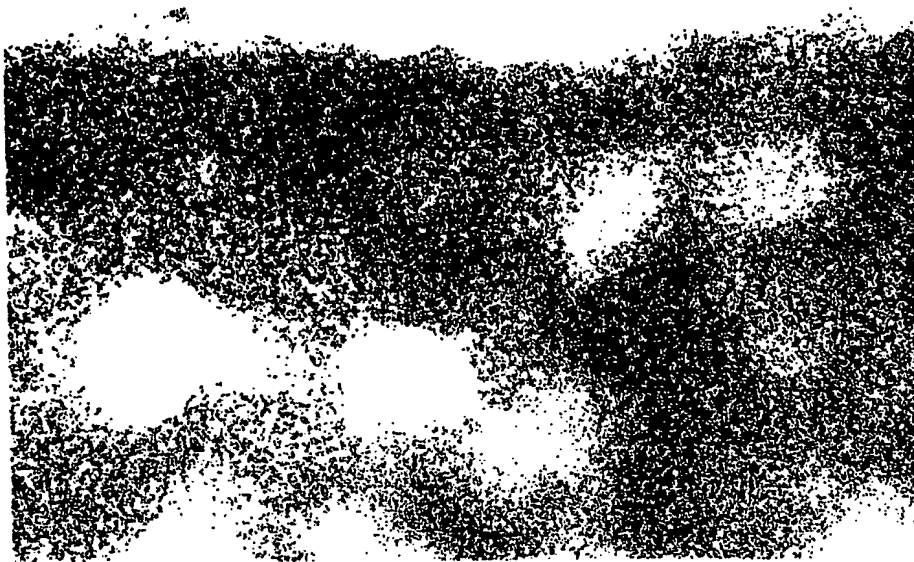
【図 2】 実施例 1 で処理された樹脂基板の断面の TEM 写真である。

【図 3】 実施例 2 で処理された樹脂基板の断面の TEM 写真である。

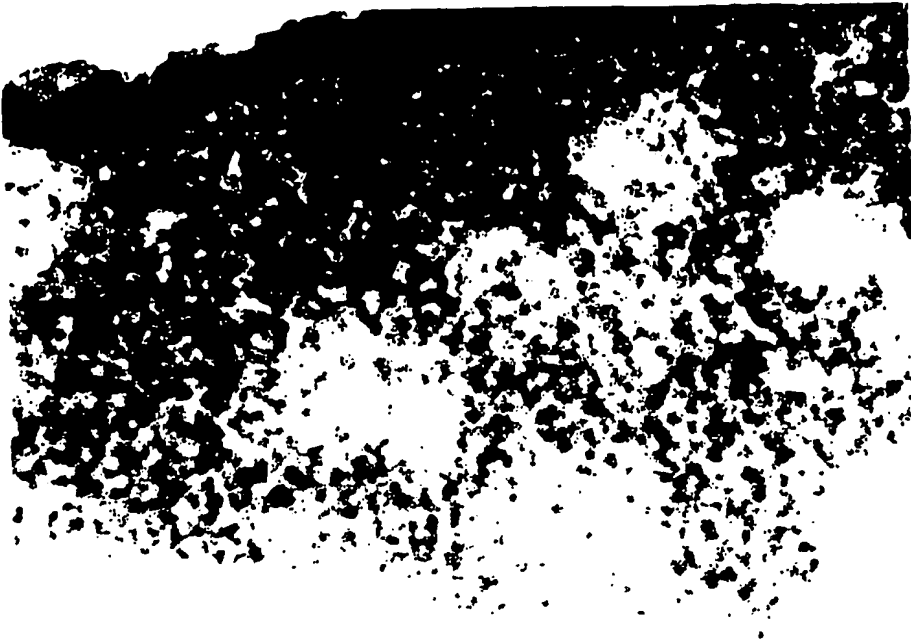
【書類名】図面
【図 1】



【図 2】



【図 3】



【書類名】要約書**【要約】**

【課題】導電性、耐摩耗性などの特性を有する樹脂-金属コンポジット層を有する樹脂基体を提供する。

【解決手段】樹脂基体の表面に極性基をもつ改質層を形成し、改質層に金属化合物溶液を接触させ金属のコロイド及びイオンの少なくとも一方を極性基に吸着させ改質層に金属微粒子を分散させて樹脂-金属コンポジット層を形成する。

樹脂-金属コンポジット層の金属粒子は微細であるので、高い透明性が発現され、透明導電層などとして機能する。

【選択図】 図 1

特願 2 0 0 3 - 2 7 8 5 3 8

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[0 0 0 0 0 3 2 0 7]

1. 変更年月日

1 9 9 0 年 8 月 2 7 日

[変更理由]

新規登録

住 所

愛知県豊田市トヨタ町 1 番地

氏 名

トヨタ自動車株式会社

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☒ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.